

JP60-049252A(1985)

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : **60-049252**

(43)Date of publication of application : **18.03.1985**

(51)Int.CI.

G01N 23/225

H01J 49/14

(21)Application number : **58-157694**

(71)Applicant : **NIPPON TELEGR & TELEPH CORP <NTT>**

(22)Date of filing :

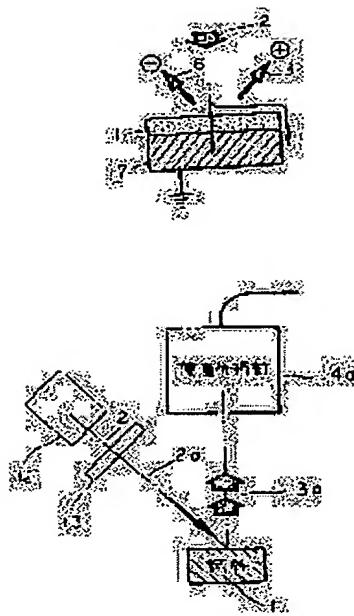
29.08.1983

(72)Inventor : **NAGAI KAZUTOSHI**

KUWANO HIROKI

(54) **MASS SPECTROMETER WITH SECONDARY ION**

This Page Blank (uspr.)



(57)Abstract:

PURPOSE: To suppress electrification on sample surface and to improve accuracy of mass spectrometry by pulsing primary ion and irradiating a sample with the pulse ions.

CONSTITUTION: When primary ion 2 collides against a sample 1, secondary ion 3 and secondary electron 6 are released. A shutter 13 may be an electrical shutter or mechanical shutter. In other words, any shutter is usable as far as the shutter can convert the continuous primary ion 2 to impulsive primary ion 2a. The pulse width of the primary ion 2a is equal to the open time (t) of the shutter 13 and the open time (t) is so determined that the product of the current (i) flowing in the sample 1 and the time (t) attains a constant or below. If the pulse

interval of the primary ion 2a is taken substantially long, the charge accumulated in the sample 1 is discharged and the surface potential V of the sample 1 is maintained low by which the exact mass spectrometry is accomplished.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

This Page Blank (Leave Blank)

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

This Page Blank (uspto)

MASS SPECTROMETER WITH SECONDARY ION

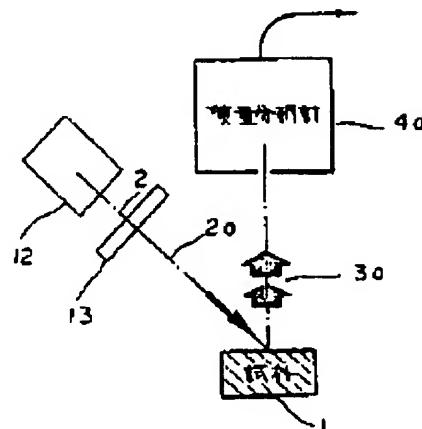
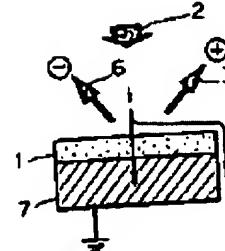
Patent number: JP60049252
Publication date: 1985-03-18
Inventor: NAGAI KAZUTOSHI; KUWANO HIROKI
Applicant: NIPPON TELEGRAPH & TELEPHONE
Classification:
 - International: G01N23/225; H01J49/14
 - European: H01J49/14A
Application number: JP19830157694 19830829
Priority number(s): JP19830157694 19830829

[Report a data error here](#)

Abstract of JP60049252

PURPOSE: To suppress electrification on sample surface and to improve accuracy of mass spectrometry by pulsing primary ion and irradiating a sample with the pulse ions.

CONSTITUTION: When primary ion 2 collides against a sample 1, secondary ion 3 and secondary electron 6 are released. A shutter 13 may be an electrical shutter or mechanical shutter. In other words, any shutter is usable as far as the shutter can convert the continuous primary ion 2 to impulsive primary ion 2a. The pulse width of the primary ion 2a is equal to the open time (t) of the shutter 13 and the open time (t) is so determined that the product of the current (i) flowing in the sample 1 and the time (t) attains a constant or below. If the pulse interval of the primary ion 2a is taken substantially long, the charge accumulated in the sample 1 is discharged and the surface potential V of the sample 1 is maintained low by which the exact mass spectrometry is accomplished.



Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

This Page Blank (uspto)

⑫ 公開特許公報 (A) 昭60-49252

⑬ Int.Cl.
G 01 N 23/225
H 01 J 49/14

識別記号
2122-2G
6680-5C

⑭ 公開 昭和60年(1985)3月18日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全 5 頁)

⑮ 発明の名称 二次イオン質量分析計

⑯ 特願 昭58-157694
⑰ 出願 昭58(1983)8月29日

⑱ 発明者 長井 一敏 武蔵野市緑町3丁目9番11号 日本電信電話公社武蔵野電気通信研究所内

⑲ 発明者 桑野 博喜 武蔵野市緑町3丁目9番11号 日本電信電話公社武蔵野電気通信研究所内

⑳ 出願人 日本電信電話公社

㉑ 代理人 弁理士 志賀 正武

明細書

1. 発明の名称

二次イオン質量分析計

2. 特許請求の範囲

一次イオン発生手段より出力された一次イオンによつて試料を衝撃し、このときに発生する二次イオンに基づいて質量分析を行う二次イオン質量分析計において、前記一次イオン発生手段より出力された一次イオンをパルス状の一次イオンに変換する変換手段を具備し、前記パルス状の一次イオンによつて前記試料を衝撃することを特徴とする二次イオン質量分析計。

3. 発明の詳細な説明

この発明は、非気絶線性の高い材料の組成分析を容易に行うことのできる二次イオン質量分析計に関するものである。

周知のとおり、固体材料の組成分析には二次イオン質量分析計が實用されている。第1図は、従来形の二次イオン質量分析計の構成を示す概略図

である。図において、1は試料である。試料1は、
20 K eVに加速された一次イオン2によつて打
たれ、試料1からは二次イオン3が放出される。
この二次イオン3は質量分析計4に導入されて質
量分析を受け、質量分析計4からは質量スペクト
ル5が输出される。そして、この質量スペクトル
5から二次イオン3の質量と強度を同定し、試料
1の組成分析を行う。

ところで、上述した従来の二次イオン質量分析
計を使用する場合、試料1が金属または半導体な
らば問題はないが、電気絶線性の高い物質のとき
には分析が困難になるという欠点があつた。すな
わち、試料1は絶線性であるために、一次イオン
2が当つたときに電荷が蓄積され、その表面電位
が急速に上昇する。このため、後続の一次イオン
2の入射が妨げられるとともに、放出される二次
イオン3のエネルギー分布が大きく偏つて、質量分
析計4の分析能力をはずれてしまい、分析が不能
となる。そこで、従来の二次イオン質量分析計に
おいては、試料1の帯電防止策として、一次イオ

ン2と同時に電子線を照射して蓄積された電荷を中和する等の方法を探つてきたが、電子線からの熱崩壊および電子衝突による発熱等のために試料1が変質し、分析結果に大きな誤差が入つてしまふなどの欠点があつた。

この発明は、上記の事情に鑑み、正確な質量分析を行うことのできる二次イオン質量分析計を提供するもので、一次イオンをパルス化して照射することにより、試料の帶電を防止したことを特徴とする。なお、一次イオンのパルス照射にともなつて二次イオンもパルス状に発生するが、これは飛行時間形質量分析計で分析するようにした。

以下、図面を参照して本発明を詳細に説明する。まず、本発明の原理を説明する。第2図(a)は、絶縁性試料1に一次イオン2が入射しているときの概要を示す断面図である。図において、試料1に一次イオン2が衝突すると、試料1からは二次イオン3と二次電子6が放出され、試料1に電流1が流れ、試料ホルダ7を介してアースに吸収される。この場合、電流1は一次イオン2と二次電

子6の加算電流であるが、一般に後者の 10^{-4} ～ 10^{-4} 程度なので、電流1は一次イオン2の電流とみなしてよい。第2図(b)は、このときの電気的等価回路を示す図である。図において、8は試料1の表面裏面間の絶縁抵抗(すなわち試料1の表面抵抗とバルク抵抗の合成抵抗；値 r_2)、9は試料1の表面間の静電容量(値C)、10は静電容量9の直列抵抗分(値 r_1)、11は一次イオン照射中オノとなるスイッチである。

この等価回路において、スイッチ11のオン／オフは一次イオン2の照射開始／照射停止を意味している。今、スイッチ11がオン、すなわち一次イオン2の照射が開始されると、試料1には一定電流1が流れ、その表面電位Vは時間tの経過につれて、

$$V = r_{11} \left(1 - \frac{r_2}{r_1 + r_2} \exp \left\{ - \frac{t}{C(r_1 + r_2)} \right\} \right) \cdots (1)$$

のごとく上昇し、最終的には値 r_{11} に漸近する。第2図(c)は、この関係をグラフに表わしたものである。

次に、スイッチ11をオフすなわち、一次イオン2の照射を停止すると、試料1の表面電荷は第3図(d)に示す等価回路の抵抗8、10を介して放電を開始する。今、一次イオン2の照射によつて表面電位Vが V_0 になつた時点で照射を停止したとすれば、以後の表面電位Vは、

$$V = V_0 \exp \left\{ - \frac{t}{C(r_1 + r_2)} \right\} \cdots (2)$$

に従つて減ずる。第3図(d)はこの関係をグラフに表わしたものである。

次に、試料1として縦・横が10mm、厚さが0.5mmの浴融石英板を用いた場合を例にとつて、表面電位Vの時間的变化を図示したのが第4図である。この場合、抵抗8の値 $r_2 = 2.5 T\Omega (= 2.5 \times 10^{12} \Omega)$ 、静電容量9の値 $C = 5 pF$ である。また、抵抗10の値 r_1 は、絶縁性試料1においては値 r_2 より十分に小さく無視することができる。これらの値を(1)式に代入すると、

$$V = 2.5 \times 10^{12} \cdot \left\{ 1 - \exp \left(- \frac{t}{12.5} \right) \right\} \cdots (1a)$$

となる。また(2)式に代入すると、

$$V/V_0 = \exp \left(- \frac{t}{12.5} \right) \cdots (2a)$$

となる。そして、第4図において(1a)式の関係は実線で、(2a)式の関係は点線で示され、(1a)式のVが左縦軸に、(2a)式のV/V₀が右縦軸に各々示されている。この図からわかるように、電流1が $1 \times 10^9 A$ (1nA)であつても照射開始1秒後には表面電位Vは200Vにも達してしまうのに対し、V/V₀が 10^{-3} まで減少するには、100秒近くもの時間を要する。そして、実際の二次イオン質量分析においては、表面電位Vが1～2Vを超えると、分析に悪影響が出始める。

そこで、本発明は、一次イオン2をパルス的に照射し表面電位Vの上昇を抑制する。例えば上記の例の場合、電流1が1nAのときは一次イオン2のパルス幅を 10^2 秒に、10nAのときは 10^{-3} 秒にすれば、表面電位Vを2Vに抑えることができる。この場合、パルス間隔を充分に長くとり、試料1の表面に蓄積された電荷の放電を十

分に行なうことは勿論である。

次に、第5図を参照して本発明の一実施例を説明する。図において、1 2は一次イオン発生手段であり、一次イオン2を連続的に発生するものである。この一次イオン2は、シャッタ1 3によつてパルス状の一次イオン2_aに変換され、試料1に照射される。ここで、シャッタ1 3は電気的シャッタでも、機械的シャッタでもよく、要は連続的な一次イオン2をパルス状の一次イオン2_aに変換できるものであればよい。そして、一次イオン2_aのパルス幅はシャッタ1 3の開放時間tと等しく、試料1を流れる電流I(これは前述したように一次イオン2_aによる電流とみなせる)と前記開放時間tとの積 $I \times t$ が定数以下になるように開放時間tを定める。本実施例においては、電流I = 1 nAと開放時間t = 1 0⁻²秒との積 $1 \times 1 0^{-11}$ クーロンを前記定数としている。

さて、パルス状の一次イオン2_aによつて、試料1からはパルス状の二次イオン3_aが放出される。この二次イオン3_aは飛行時間形質量分析計

4_aに導入されて分析され、質量分析計4_aから質量スペクトル5_aが出力される。そして、この質量スペクトル5_aに基づいて試料1の組成分析が行われる。

このような構成において、一次イオン2_aのパルス間隔を充分に長くとれば、一次イオン2_aの前回パルスの照射によつて試料1に蓄積された電荷が放電されてから、次のパルスによる照射がなされるので、試料1の表面電位Vを低く(2V以下に)保つことができ、正確な質量分析を行うことができる。

以上説明したようにこの発明は、一次イオンをパルス化して試料を照射するようにしたので、試料表面の帯電が抑制され、表面電位が上昇しないため、質量分析が正常に遂行される利点が得られる。

4. 図面の簡単な説明

第1図は従来の二次イオン質量分析計の動作原理を説明するための概略図、第2図(1)は絶縁試料1に一次イオン2が入射しているときの概要を示

す断面図、同図(2)は(1)の電気的等価回路図、同図(3)は表面電位Vの時間的変化を示すグラフ、第3図(4)は蓄積電荷の放電を説明するための等価回路図、同図(5)は放電時の表面電位Vの時間的変化を示すグラフ、第4図は一次イオン照射による溶融石英板の表面電位Vの時間的変化を示すグラフ(実線は一次イオン照射時、点線は放電時)、第5図は本発明の一実施例の構成を示す概略図である。

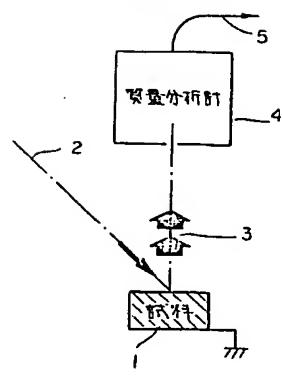
1…… 試料、2…… 一次イオン、2_a…… パルス状の一次イオン、3、3_a…… 二次イオン、1 2…… 一次イオン発生手段、1-3…… シャッタ(変換手段)。

出願人 日本電信電話公社

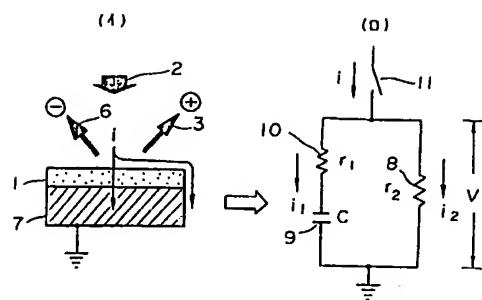
代理人弁理士 志賀正武



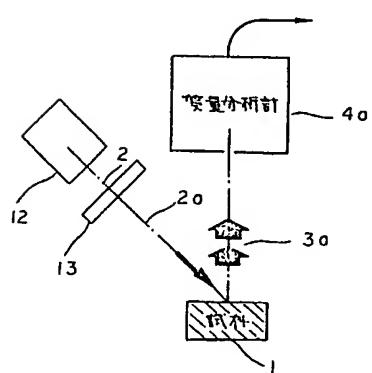
第1図



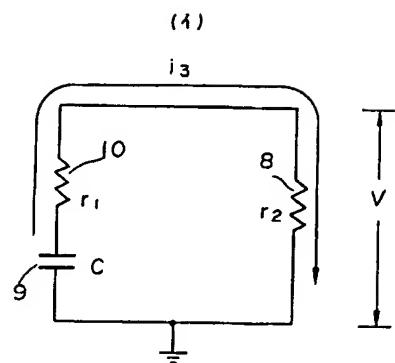
第2図



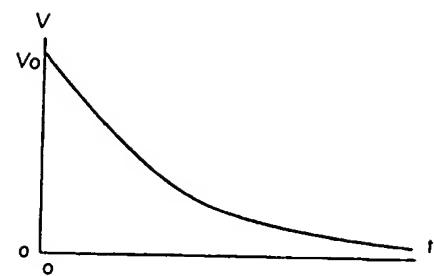
第5図



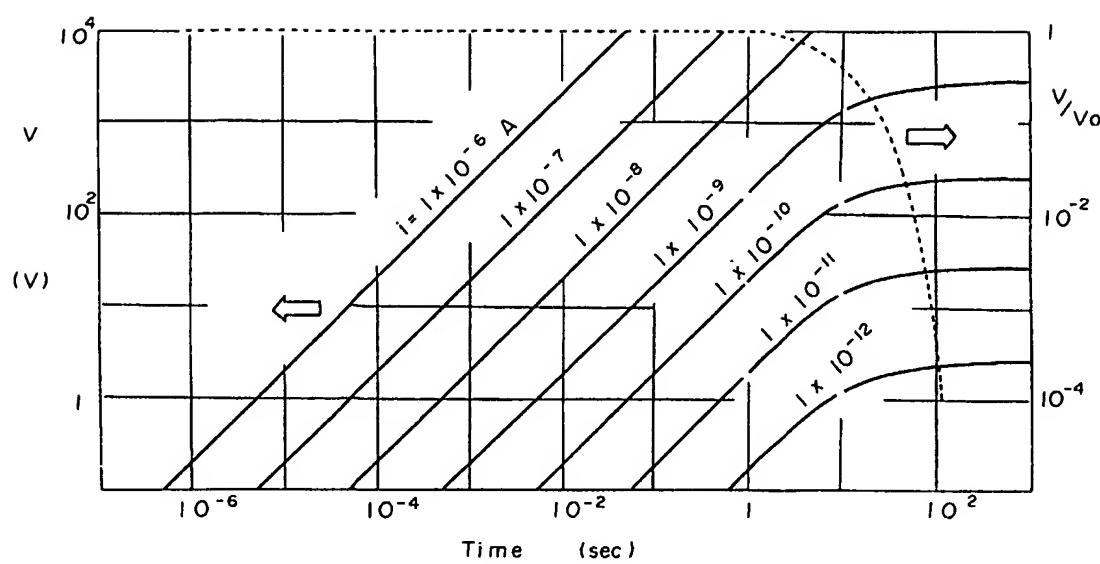
第3図



(D)



第4図



This Page Blank (uspio)